

石油化工分析方法

(RIPP 试验方法)

杨翠定 顾侃英 吴文辉 编



科学出版社

石油化工分析方法 (RIPP 试验方法)

杨翠定 顾侃英 吴文辉 编

科学出版社

1990

内 容 简 介

本书介绍了分析和测试原油、燃料、润滑油脂等石油产品、石油化学产品及催化剂、添加剂等共163个实用方法。书中介绍的近代仪器分析手段包括气相色谱、液相色谱、质谱、核磁共振谱、红外光谱、紫外光谱、等离子体发射光谱、原子吸收光谱、X线荧光光谱、X线衍射谱、电子显微镜技术、热分析及电化学分析等。

本书可供石油化工科研、生产及产品应用部门的工作人员和分析人员使用，也可供石油化工院校师生参考。

石油化工分析方法 (RIPP试验方法)

杨翠定 顾侃英 吴文辉 编

责任编辑 张英娥

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100707

北京市广内印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

1990年9月第一版

开本: 787×1092 1/16

1990年9月第一次印刷(深圳)

印张: 31

印数: 0001—11 650

字数: 786 000

ISBN 7-03-001894-X/TE·1

定价: 12.40元

序 言

随着我国石油化学工业的迅速发展,石油化工分析方法迫切需要统一和现代化。本书力求在这一指导思想下,根据石油化工科学研究院广大科研人员在分析工作中多年的实践经验,总结出在炼油新工艺、催化剂、添加剂、原油、燃料、润滑油脂及各种石油化学品研究领域开发和应用的163个实验室试验方法(已列入国家标准、部标准和专业标准的试验方法除外)。本书的出版将对石油化工部门分析方法的统一,分析工作现代化及提高产品质量和科研工作水平产生积极影响。

RIPP是石油化工科学研究院英文名称的缩写。本书收集的163个RIPP试验方法具有实用、快速、灵敏、准确的特点。这些试验方法广泛应用了近代仪器分析手段,包括气相色谱、液相色谱、质谱、核磁共振谱、红外光谱、紫外光谱、等离子体发射光谱、原子吸收光谱、X线荧光光谱、X线衍射谱、电子显微镜技术、热分析及电化学分析等,其中多数试验方法已在院外各石油化工科研单位、生产及产品使用部门实际应用。本书在编写过程中参考了国外在石油化工领域广泛应用的ASTM标准方法、ISO国际标准方法、UOP实验室试验方法及国内外在有关领域内发表的专业文献和分析期刊等,各试验方法的编写较注意具体步骤的描述,以适应操作人员的要求。

RIPP试验方法主要用于原油、石油各馏分、油品、催化剂、添加剂、石油化学品的组成分析及对石油化工工艺和产品质量有重要影响的杂质分析,各试验方法的检测范围根据不同的对象和要求包括常量和痕量级水平。RIPP试验方法还包括了部分产品的性能测试方法,其中某些已用于生产过程的控制分析。

本书可供石油化工科研、生产及产品应用部门的工作人员和分析人员使用,也可供石油化工院校师生参考。为方便读者查阅,书末附有索引,读者可按方法类别或分析对象分别在表A和B中查到所需的试验方法。

本书的编写是在石油化工科学研究院总工程师、高级工程师陆婉珍的指导和热情帮助下完成的,各试验方法由顾佩英、吴文辉收集并作初步整理,全书由杨翠定统一修改并审定,在修改和审定过程中,各试验方法编写者给予了积极的支持,在此一并表示感谢。

杨翠定
1989年10月

目 录

序言

RIPP 1-90	原油的实沸点蒸馏试验	(1)
RIPP 2-90	重油和原油的减压蒸馏试验	(5)
RIPP 3-90	原油的简易蒸馏试验	(10)
RIPP 4-90	原油的氮含量测定法	(14)
RIPP 5-90	蒸馏法测定原油中蜡含量	(16)
RIPP 6-90	吸附色谱法测定煤油、柴油馏分中芳香烃含量	(18)
RIPP 7-90	氧化铝吸附法测定原油中沥青质、胶质及蜡含量	(20)
RIPP 8-90	氧化铝吸附法测定渣油润滑油潜含量	(23)
RIPP 9-90	双吸附剂法测定润滑油的潜含量	(26)
RIPP 10-90	渣油中沥青质、饱和烃、芳香烃及胶质含量的测定	(31)
RIPP 11-90	沥青绝对粘度测定法	(34)
RIPP 12-90	密度法计算渣油或沥青的结构参数	(37)
RIPP 13-90	润滑油化学族组成试验法	(39)
RIPP 14-90	冷冻机油凝点测定法	(42)
RIPP 15-90	合成冷冻压缩机油热稳定性试验法	(44)
RIPP 16-90	内燃机车润滑油氧化试验法	(47)
RIPP 17-90	润滑脂动态氧化安定性测定法	(49)
RIPP 18-90	润滑脂高温滚筒安定性测定法	(52)
RIPP 19-90	润滑脂高温抗水性能测定法	(54)
RIPP 20-90	润滑脂粘附性试验法	(56)
RIPP 21-90	润滑脂低温柔韧性测定法	(58)
RIPP 22-90	膨润土在碳酸钠水溶液中的膨胀体积测定法	(60)
RIPP 23-90	蒙脱石含量测定法	(61)
RIPP 24-90	石油焦(焙烧1000℃)热膨胀系数测定法	(63)
RIPP 25-90	催化剂耐压强度测定法	(66)
RIPP 26-90	催化剂粉化度测定法	(68)
RIPP 27-90	微球裂化催化剂骨架密度测定法	(69)
RIPP 28-90	微球裂化催化剂水滴孔体积测定法	(71)
RIPP 29-90	微球裂化催化剂磨损指数测定法	(73)
RIPP 30-90	微球裂化催化剂扬析粒度测定法	(76)
RIPP 31-90	微球裂化催化剂表观松密度测定法	(87)
RIPP 32-90	重量法测定催化剂中灼烧基含量	(88)

RIPP 33-90	容量法测定催化裂化金属钝化剂中铈的含量	(89)
RIPP 34-90	滴定法测定铝溶胶中铝和氯含量	(91)
RIPP 35-90	比色法测定重整催化剂中铂和铈含量	(94)
RIPP 36-90	比色法测定重整催化剂中硅和铁含量	(96)
RIPP 37-90	比色法测定催化剂中铂和钨含量	(99)
RIPP 38-90	钨-邻苯二酚羧-十六烷基三甲基溴化铵分光光度法测定加氢催化剂中三氧化钨含量	(102)
RIPP 39-90	比色法测定原油及重质馏分油中痕量砷含量	(105)
RIPP 40-90	全合成催化裂化催化剂中氧化铁的测定	(109)
RIPP 41-90	全合成催化裂化催化剂中氧化铝的测定	(111)
RIPP 42-90	半合成催化裂化催化剂中氧化铝的测定	(114)
RIPP 43-90	催化裂化催化剂中混合稀土的测定	(116)
RIPP 44-90	抗静电剂组分丁二酸二异辛酯磺酸钙中钙含量分析法(EDTA络合滴定法)	(119)
RIPP 45-90	抗静电剂组分烷基水杨酸铬中铬含量分析法	(121)
RIPP 46-90	喷气燃料中抗磨防锈添加剂T306含量的测定	(123)
RIPP 47-90	抗静电剂中铬含量的测定	(125)
RIPP 48-90	烷基苯磺酸中磺酸含量的测定	(127)
RIPP 49-90	内燃机油添加剂中干剂含量的测定	(129)
RIPP 50-90	碘量法测定硫离子含量	(131)
RIPP 51-90	氧瓶燃烧法测定添加剂中氯含量	(133)
RIPP 52-90	乙酸乙烯酯含量测定法	(135)
RIPP 53-90	甲醛总量测定法	(137)
RIPP 54-90	可氧化甲醛含量测定法	(139)
RIPP 55-90	氧瓶燃烧法测定添加剂中硫含量	(141)
RIPP 56-90	重铬酸钾法测定废水的化学耗氧量	(143)
RIPP 57-90	催化裂化催化剂中硫酸根含量的测定	(145)
RIPP 58-90	全合成催化裂化催化剂中氧化硅的测定	(147)
RIPP 59-90	半合成催化裂化催化剂中氧化硅的测定	(149)
RIPP 60-90	铵盐熔解半合成催化裂化催化剂	(151)
RIPP 61-90	土壤中阳离子交换容量的分析法	(153)
RIPP 62-90	电量法测定重质石油产品中总硫含量	(157)
RIPP 63-90	电量法测定重质石油产品中总氮含量	(160)
RIPP 64-90	电量法测定原油中总氯含量	(164)
RIPP 65-90	电量法测定石油轻质馏分中痕量砷	(167)
RIPP 66-90	电量法测定石油馏分的溴价和溴指数	(172)
RIPP 67-90	电量法测定催化剂中硫含量	(176)
RIPP 68-90	检测管法快速测定气体中硫化氢含量	(178)
RIPP 69-90	气敏电极法测定二甲苯异构化催化剂载体的残氮量	(183)

RIPP	70-90	应用氟离子选择电极测定催化剂中氟含量·····	(185)
RIPP	71-90	氟硼酸根电报测定加氢催化剂中硼含量·····	(188)
RIPP	72-90	离子选择电极法测定重整催化剂的氯含量·····	(191)
RIPP	73-90	原油直接进样气相色谱法测定C ₇ 前烃类·····	(193)
RIPP	74-90	气相色谱法测定油田气或天然气的组成·····	(197)
RIPP	75-90	色谱法测定催化裂化烟气组成·····	(201)
RIPP	76-90	多柱串联色谱法测定催化裂化气组成·····	(204)
RIPP	77-90	多维色谱法分析炼厂气·····	(208)
RIPP	78-90	多维气相色谱分析催化裂化气组成·····	(212)
RIPP	79-90	毛细管气相色谱法测定石油馏分中正构烷烃含量·····	(219)
RIPP	80-90	气相色谱多孔层开管柱(PLOT)测定汽油中链烷烃及环烷烃含量···	(223)
RIPP	81-90	程序升温毛细管气相色谱法分析180℃以前直馏汽油中单体烃含量···	(227)
RIPP	82-90	弹性石英毛细管柱分离直馏汽油中复杂的芳烃混合物·····	(233)
RIPP	83-90	OV-101弹性石英毛细管柱气相色谱法测定C ₆ —C ₁₂ 芳香烃·····	(237)
RIPP	84-90	火焰光度(FPD)色谱法测定汽油中痕量二硫化碳·····	(241)
RIPP	85-90	高分辨气相色谱法测定汽油辛烷值·····	(243)
RIPP	86-90	毛细管气相色谱法测定丙烯二聚产物中各组分·····	(247)
RIPP	87-90	气相色谱法测定丙烯二聚反应的转化率·····	(250)
RIPP	88-90	叠合工艺原料气的多维气相色谱分析·····	(252)
RIPP	89-90	恒温法测定酸性催化剂的 α 值·····	(255)
RIPP	90-90	毛细管色谱法测定棉籽油水解产物脂肪酸中各组分含量·····	(257)
RIPP	91-90	弹性石英毛细管气相色谱法测定多烯多胺混合物的组成·····	(260)
RIPP	92-90	催化裂化新鲜催化剂的微反活性试验法(附:催化裂化工业平衡催化剂的微反活性试验法)·····	(263)
RIPP	93-90	苯中痕量二硫化碳和噻吩的气相色谱分析·····	(269)
RIPP	94-90	高效液相色谱配以迁移丝式火焰离子化检测器分析直馏柴油中烃族组成·····	(271)
RIPP	95-90	高效液相色谱法直接测定喷气燃料中2,6-二叔丁基对甲酚型抗氧化剂含量·····	(274)
RIPP	96-90	气相渗透压法(VPO)测定油品及油品添加剂的数均分子量·····	(277)
RIPP	97-90	凝胶色谱法测定低分子量聚合物的分子量及其分布·····	(280)
RIPP	98-90	离子色谱法同时测定重整催化剂中氯、硝酸根和硫酸根含量·····	(282)
RIPP	99-90	红外光谱法测定丝光沸石的硅铝比·····	(285)
RIPP	100-90	红外光谱法测定ZSM-5沸石的结晶度·····	(287)
RIPP	101-90	红外光谱法分析润滑油馏分的结构族组成·····	(289)
RIPP	102-90	红外光谱法测定碳氟化合物中氢含量·····	(292)
RIPP	103-90	红外光谱法直接测定变压器油中2,6-二叔丁基对甲酚含量·····	(294)
RIPP	104-90	红外光谱法测定加氢后 α -烯烃叠合油的支化度·····	(296)
RIPP	105-90	红外光谱法测定蜡裂解烯烃中一取代和二取代 α 烯烃含量·····	(298)

RIPP 106-90	红外吸收法测定重整催化剂中碳、硫含量.....	(302)
RIPP 107-90	催化裂化催化剂的炭含量测定.....	(303)
RIPP 108-90	激光拉曼光谱法测定十硫化四磷中主要杂质九硫化四磷的含量.....	(305)
RIPP 109-90	紫外光谱法测定汽油中苯硫酚类及苯酚类含量.....	(307)
RIPP 110-90	紫外光谱法测定柴油中吡啶类及咪唑类含量.....	(311)
RIPP 111-90	全合成催化裂化催化剂中氧化钠的测定.....	(314)
RIPP 112-90	半合成催化裂化催化剂中氧化钠的测定.....	(316)
RIPP 113-90	半合成催化裂化催化剂中氧化铁的测定.....	(318)
RIPP 114-90	火焰原子吸收光谱法测定分子筛催化剂中氧化钾和氧化钠含量.....	(320)
RIPP 115-90	原子吸收光谱法测定分子筛催化剂中铂含量(附:重整催化剂中铂的测定).....	(323)
RIPP 116-90	原子吸收光谱法测定重整催化剂中痕量杂质钙、镁、锌及铅.....	(326)
RIPP 117-90	原子吸收光谱法测定重整催化剂中铂、锡、硅、铁、钠及铜含量.....	(329)
RIPP 118-90	氧化亚氮/乙炔火焰原子吸收法测定催化裂化催化剂中钒含量.....	(333)
RIPP 119-90	石墨炉原子吸收光谱法测定催化剂中痕量铂和钯.....	(336)
RIPP 120-90	氧化亚氮/乙炔火焰原子吸收法测定加氢脱砷催化剂中二氧化硅含量.....	(339)
RIPP 121-90	氧化亚氮/乙炔火焰原子吸收光谱法直接测定有机钼类润滑油添加剂中钼含量.....	(341)
RIPP 122-90	MIBK-冰乙酸体系原子吸收光谱法直接测定添加剂和润滑油中钙、钡、锌含量.....	(343)
RIPP 123-90	氧化亚氮/乙炔火焰原子吸收光谱法测定润滑油、添加剂及重整催化剂中硅和铝含量.....	(346)
RIPP 124-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)同时测定原油及重油中 14 种痕量元素.....	(349)
RIPP 125-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)测定轻油中15种痕量元素.....	(352)
RIPP 126-90	等离子体发射光谱法 (ICP/AES) 测定重整催化剂中12种元素含量.....	(355)
RIPP 127-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)测定分子筛催化剂中 11 种元素含量.....	(357)
RIPP 128-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)测定加氢催化剂中 11 种元素含量.....	(360)
RIPP 129-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)测定催化裂化催化剂中 16 种元素含量.....	(362)
RIPP 130-90	等离子体发射光谱法(ICP/AES)测定添加剂和润滑油中 13 个元素含量.....	(365)
RIPP 131-90	X射线荧光光谱法测定分子筛微球催化剂及稀土Y型分子筛中轻稀土氧化物含量.....	(368)

RIPP 132-90	X射线荧光光谱法测定催化剂中铂、铈、锡、镍、钨、钼的含量 ——经验系数校正法·····	(371)
RIPP 133-90	X射线荧光光谱法测定催化剂中钼、镍、钴、磷的含量——稀 释法·····	(376)
RIPP 134-90	X射线荧光光谱法分析裂化催化剂中氧化硅、氧化铝、氧化铁及 轻稀土氧化物含量·····	(380)
RIPP 135-90	X射线荧光光谱法测定重整催化剂、一氧化碳助燃剂和异构化催 化剂中铂含量·····	(384)
RIPP 136-90	六种常见氧化铝水合物的快速鉴定法·····	(387)
RIPP 137-90	四种常见氧化铝的快速鉴定法·····	(389)
RIPP 138-90	三水氧化铝杂晶相含量测定法·····	(392)
RIPP 139-90	拟薄水铝石结晶度测定法·····	(394)
RIPP 140-90	拟薄水铝石平均晶粒度测定法·····	(396)
RIPP 141-90	γ -氧化铝结晶度测定法·····	(400)
RIPP 142-90	γ -氧化铝平均晶粒度测定法·····	(402)
RIPP 143-90	氧化铝及低温铝基尖晶石固溶体的晶胞参数测定法·····	(406)
RIPP 144-90	γ -氧化铝向 δ -氧化铝转化的转化度表征方法·····	(409)
RIPP 145-90	超稳Y(USY)型分子筛晶胞参数测定法·····	(412)
RIPP 146-90	超稳Y(USY)型分子筛相对结晶度测定法·····	(414)
RIPP 147-90	人工合成丝光沸石的相对结晶度测定法·····	(416)
RIPP 148-90	热重法(TG)测定催化剂的积炭量·····	(418)
RIPP 149-90	微量法测定石油产品的残炭值·····	(420)
RIPP 150-90	压汞法测定催化剂的孔径分布·····	(421)
RIPP 151-90	氮吸附容量法测定催化剂的孔体积及孔径分布·····	(424)
RIPP 152-90	电子探针测定磷酸铝分子筛中磷、铝、硅的氧化物含量·····	(427)
RIPP 153-90	^1H 核磁共振法测定石油烃中烯烃含量·····	(430)
RIPP 154-90	^1H 核磁共振法测定石油烃支化度·····	(434)
RIPP 155-90	^{13}C 核磁共振法测定渣油及其组分的芳烃度·····	(436)
RIPP 156-90	质谱法测定低烯汽油的烃类组成·····	(438)
RIPP 157-90	质谱法测定含烯汽油的烃类组成·····	(443)
RIPP 158-90	质谱法测定煤、柴油馏分的烃类组成·····	(446)
RIPP 159-90	质谱法测定重馏分油中饱和烃的烃类组成·····	(452)
RIPP 160-90	质谱法测定重馏分油中芳香烃的烃类组成·····	(463)
RIPP 161-90	质谱法测定蜡裂解产物的烃类组成·····	(470)
RIPP 162-90	质谱法测定单烷基苯混合物的分子量分布·····	(473)
RIPP 163-90	质谱法测定丙烯聚合物的烃类组成·····	(476)
RIPP	试验方法索引·····	(482)

原油的实沸点蒸馏试验

1. 应用范围

本方法适用于原油及其馏分油的常减压蒸馏。

2. 方法概述

蒸馏分三段进行,即常压蒸馏(初馏—200℃)、残压为10毫米汞柱¹⁾的减压蒸馏及残压小于5毫米汞柱的减压蒸馏。

3. 仪器及设备

3.1 实沸点蒸馏装置(上海石油第四机械厂产品):见图1,由蒸馏釜、蒸馏柱、冷凝器、接受器、压力调节器及辅助设备组成。

蒸馏釜:容积5升,蒸馏时最高温度可达500℃左右。

蒸馏柱:由双层钢管组成,中间有10毫米空隙,内层为内径52毫米的不锈钢管,高750毫米,柱内填装 $6\times 6\times 0.1$ 毫米不锈钢多孔填料450克左右,外层为直径108毫米的钢管,作为保温套管,管外包有两层玻璃布并绕上21*电热丝以便加热保温,功率1千瓦,最外层用玻璃棉保温。

在蒸馏柱上下两段中心处分别放置两对热电偶,蒸馏柱和保温套管间亦放置两对热电偶。整个操作过程中,应使保温套管内温度较蒸馏柱内温度高10℃左右。

用苯-四氯化碳二元混合液测定蒸馏柱全回流时的理论塔板数(可根据表1、表2,求理论塔板数)。上述条件下的理论塔板数为17。

4. 试剂及材料

4.1 苯:化学纯。

4.2 四氯化碳:化学纯。

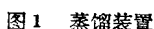
4.3 石油醚:60—90℃馏分。

5. 试验步骤

5.1 常压蒸馏。将系统安装好,并进行试漏,使残压能达到2毫米汞柱。

称出含水量小于0.5%的原油3升装入釜中,加热蒸馏,调节保温电流使柱内外温度保持相近。待有气相温度指示后(图1中3,5)再平衡20—30分钟,当馏出物的沸点低于100℃时,接受管用水冷却,同时用-20℃冷冻液冷却气体捕集器(图1中33),以回收不易被

1) 1毫米汞柱=133.322帕



- 1——上测压管, 2——定比器回流头, 3——气相水银温度计, 4——液封流出管, 5——气相热电偶测温管, 6——卷状多孔填料, 7——上部塔内热电偶测温管, 8——上部保温层热电偶测温管, 9——保温层缠料, 10——保温层电加热丝, 11——保温套管, 12——下部塔内热电偶测温管, 13——下部保温层热电偶测温管, 14——分馏塔塔柱, 15——压油接管, 16——压油管, 17——伞状多孔筛, 18——液相热电偶测温管, 19——电炉升降机构, 20——球形阀, 21——球形阀, 22——冷却管, 23——弯头, 24——接液量筒, 100 毫升, 25——真空接受器, 26——下测压管, 27——气相水银温度计, 28——釜侧流出头, 29——釜侧流出管, 30——球形阀, 31——球形阀, 32——真空接受器支架, 33——冷凝冰瓶, 34——冷凝管, 35——蒸馏釜(5升和 15升两种), 36——电炉

气相温度达200℃左右时(常压蒸馏釜与塔顶压力差为1—2毫米汞柱)结束常压蒸馏。

开动真空泵使真空度达到试验所需压力，用硫酸调节器、恒压器使压力维持在10毫米汞柱（参见图2）。

当蒸馏的气相温度达到250℃左右时（相当常压下的温度），停掉冷却器的冷却水，用红外灯加热冷却器，使原存的水升温，起保温作用。

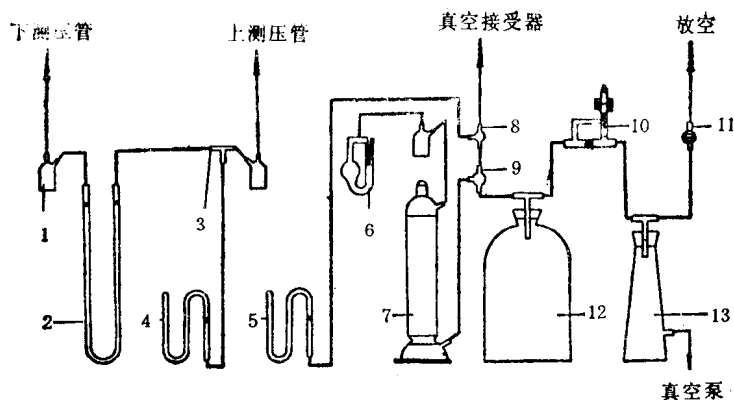


图2 真空系统

1——捕集器, 2——压力差计, 3——三通管, 4——U形真空压力计 II, 5——U形真空压力计 I, 6——压力调节器, 7——干燥塔, 8——三通活塞, 9——三通活塞, 10——恒压器, 11——排气活塞, 12——缓冲瓶, 13——锥形瓶

蒸馏釜液相温度接近350℃时, 第一段减压蒸馏结束。

5.3 第二段减压蒸馏。待液相温度和蒸馏柱的指示温度低于80℃后, 由回流头上部的测压管加入溶剂苯（或石油醚）500毫升, 将5.2节留在填料上的重质油洗入釜内, 由釜上加样口加入泡沸石, 换上釜侧馏出头, 将溶剂蒸出。然后接上真空接受器, 连接好真空系统, 加热升温, 开动真空泵, 待有气相温度指示后, 平衡20—30分钟, 控制馏出速度为3—5毫升/分。待蒸馏到液相温度接近350℃左右时, 蒸馏全部结束。

5.4 蒸馏结束后, 进行洗塔, 回收附着物, 将洗塔溶剂放入已知重量的蒸馏瓶中, 赶出溶剂, 留在瓶中的油即为附着量, 称重后计入残油回收量并倒入残油中。

5.5 称量残油的重量, 并计算收率。

6. 计算

按下式计算每一馏分占原油的百分数:

$$X_i, \% = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中: W_1 ——每100毫升馏分重量加上接受管的重量, 克;

W_2 ——接受管的重量, 克;

W ——原油试样重量, 克;

$X_i, \%$ ——每一馏分占试样的重量百分数。

7. 精密度

两次平行测定单个试样在相同气相温度时的总馏出量之差应小于1%。

每次蒸馏的总损失量应小于1%。

表1 $\text{CCl}_4\text{-C}_6\text{H}_6$ 溶液组成与折射率 n_D^{20} 的关系

CCl_4 , % (摩尔)	n_D^{20}	CCl_4 , % (摩尔)	n_D^{20}
0	1.5011	50	1.4608
3	1.4999	55	1.4787
5	1.4991	60	1.4767
10	1.4971	65	1.4747
15	1.4950	70	1.4727
20	1.4930	75	1.4706
25	1.4910	80	1.4685
30	1.4889	85	1.4665
35	1.4868	90	1.4644
40	1.4849	95	1.4623
45	1.4828	100	1.4603

表2 理论塔板数与 CCl_4 摩尔分数间的关系

[蒸馏釜中 CCl_4 的浓度为3%(摩尔)]

CCl_4 在液相中的摩尔分数, %	理论塔板数	CCl_4 在液相中的摩尔分数, %	理论塔板数
3.0	0.0	75.0	39.4
5.0	2.9	77.5	42.3
7.5	5.4	80.0	45.8
10.0	7.3	82.0	49.2
15.0	10.1	84.0	53.3
20.0	12.3	85.0	55.6
25.0	14.3	87.0	61.4
35.0	18.0	89.0	69.1
50.0	23.6	90.0	74.2
60.0	28.2	91.0	80.3
65.0	31.1	92.0	87.8
70.0	34.7	93.0	97.6
72.5	36.9	93.2	100

表1、表2的用法:

根据平衡时塔顶回流液的折射率从表1中查出 CCl_4 的浓度,再从表2查出理论塔板数。当蒸馏釜中 CCl_4 的浓度为3%(摩尔)时,按塔顶回流液中 CCl_4 的摩尔分数可直接从表2查到塔的理论板数;若蒸馏釜中 CCl_4 浓度为20%,可由塔顶回流液 CCl_4 浓度查到的理论板数减去20%时的理论板数,即为分馏柱的理论板数。

8. 分析时间

单个试样作两次平行测定约需24小时。

(李占武)

重油和原油的减压蒸馏试验 (减压罐式蒸馏釜法)

1. 应用范围

本方法适用于初馏点高于150℃的重质原油、石油馏分和残渣油的蒸馏。

2. 方法概述

将0.5—4升的试样称重后倒入蒸馏瓶内，液面不应超过容器的2/3。在系统减压（最低可达0.00013千帕）稳定情况下，通常在1.3—0.013千帕（约等于10—0.1毫米汞柱）范围内，启动磁力搅拌，使试样处于适当的沸腾状态，逐步升温（最高蒸馏温度565℃），使馏出物按一定速度馏出，馏分按预先给定的切割温度依次分别收集在接收瓶内，最后分别计算各馏分的重量和体积收率。

3. 仪器及设备

AUTODEST mod. 860/85型真空蒸馏器，西德FISCHER公司生产。全部蒸馏设备安装在约1米宽的普通蒸馏架上，其主要部件详见图1。

注① 为保障操作者的安全，蒸馏部件必须罩有透明保护装置。

4. 试剂及材料

- 4.1 8磅广口保温瓶(装干冰用)。
- 4.2 干冰。
- 4.3 真空润滑脂。
- 4.4 溶剂汽油，工业酒精，纱布(清洗容器用)。

5. 准备工作

5.1 进料。

5.1.1 根据粗略估算试样中各馏分的收率及所需各馏分的数量，初步确定试样的进料量及馏分接收瓶数量。

5.1.2 测定试样的比重和粘度。

5.1.3 确定每个馏分的切割温度及相应的真空度。

5.1.4 试样称重(克)。如果试样很粘稠或含有结晶物，必须先加热成流动的、不含固体并混合均匀的液体后，再倒入蒸馏瓶内。

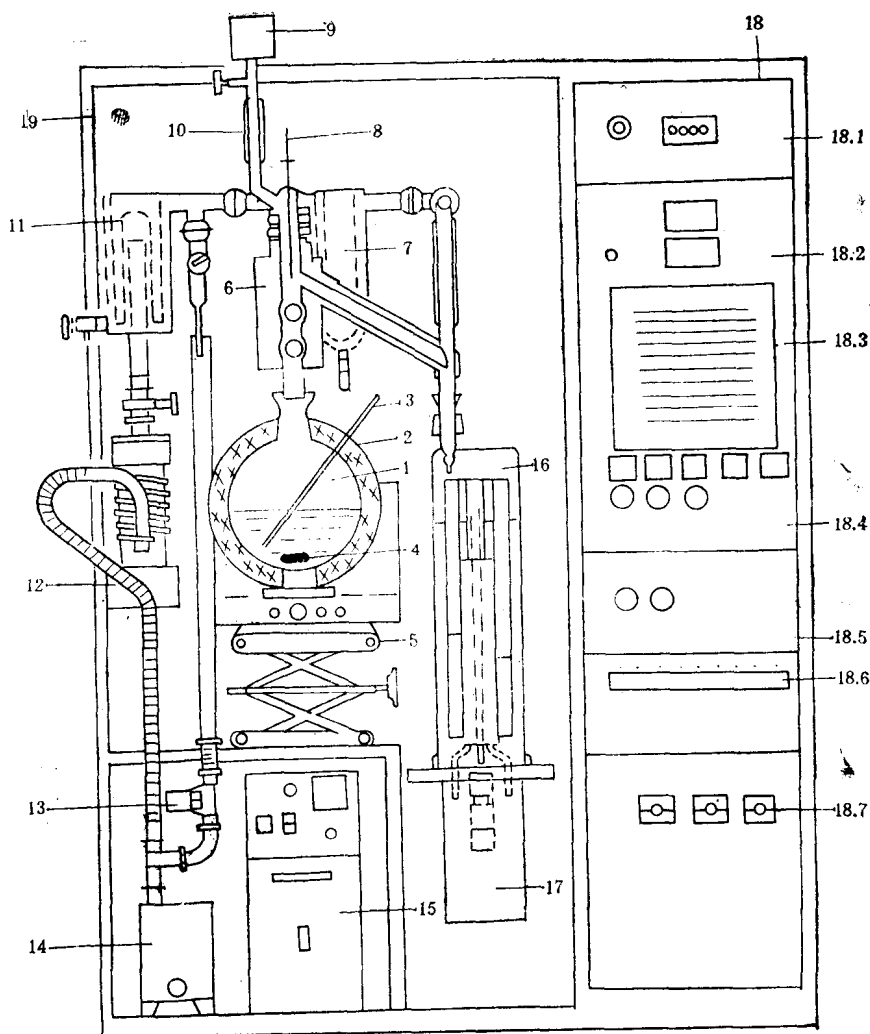


图1 AUTODEST mod. 860/85 真空蒸馏器

1——蒸馏瓶, 2——蒸馏瓶保温加热罩, 3——温度传感器, 4——磁搅拌块, 5——升降平台, 6——蒸馏头, 7——冷阱, 8——温度传感器, 9——压力传感器, 10——安全冷却器, 11——扩散冷阱, 12——扩散泵, 13——真空电磁阀, 14——真空泵, 15——低温恒温浴, 16——馏分收集器, 17——馏分收集驱动部件, 18——蒸馏控制箱, 18.1——插入式真空稳定单元, 18.2——插入式数字温度指示单元, 18.3——补偿点打印记录仪, 18.4——插入式蒸馏控制单元, 18.5——插入式安全限制单元, 18.6——插入式馏分收集控制单元, 18.7——开关, 19——安装框架

注② 本方法要求试样不含水, 凡含水试样必须先脱水, 脱水方法可参照 ASTM D1160-61方法中的 A1.5.1.

5.1.5 把磁搅拌块轻轻地放入蒸馏瓶内。

5.1.6 利用升降平台将蒸馏瓶升高, 使与蒸馏头紧密配合后, 再用夹具夹紧。

5.2 系统减压试漏。

5.2.1 检查系统各连接部件确无松动现象后, 方可进行减压试漏。

5.2.2 将系统抽至所需压力, 关掉真空泵。

5.2.3 自系统真空度开始下降时计算,如在15分钟内,真空度下降值低于3.1千帕(约等于2.4毫米汞柱),则试漏通过,否则全部连接处必须重新检查及试漏。

5.3 冷却系统。

5.3.1 检查低温恒温浴冷却剂循环系统是否通畅。

5.4 备好干冰,以便放入冷阱中收集油气冷凝液。

6. 试验步骤

6.1 接通蒸馏控制箱总电源,打开主开关,使全部显示器显示,并使探测器及放大器达到稳定状态,预热1.5小时后方可进行蒸馏试验。

6.1.1 按预定条件调整控制器。

6.1.1.1 安全限制单元。

6.1.1.1.1 按所需最高蒸馏温度,分别给定蒸馏瓶加热罩和加热液体的极限温度,以便超温时自动报警。

注③ 本方法中蒸馏瓶加热罩温度范围300—600℃;加热液体温度范围100—400℃。

6.1.1.1.2 按5.1.1节预选的馏分接收瓶数量,在数字调整器上给定,当达到此数值时,仪器自动报警同时停止加热。

注④ 本方法馏分接收瓶数量不得超过9个。

注⑤ 如果达到任何一个给定限制条件,则全部加热器停止加热,但搅拌块和真空泵仍继续运转。当手动或自动地消除该限制时,则装置转换到正常操作。

6.1.1.2 馏分收集控制单元。

6.1.1.2.1 按5.1.3节确定的各馏分切割温度,分别调好馏分收集控制单元的数字温度调整器,并使接收瓶各自地对应上述温度。

6.1.1.3 蒸馏控制单元。

6.1.1.3.1 按所需蒸馏温度,在蒸馏控制单元给定蒸馏瓶加热罩、绝缘保温罩和蒸馏头保温罩三个预选温度。

6.2 启动低温恒温浴。

注⑥ 低温恒温浴的温度视试样而定,如在含蜡量较高的试样蒸馏过程中,发现馏出液冷凝器有固体物质时,则应适当升高恒温浴温度。

6.3 打开安全冷却器和扩散泵(如果需要的话)冷却水。

6.4 在试样流动状态下,启动磁力搅拌,通过调整电位器控制搅拌速度。

6.5 将干冰不断地放入冷阱中。

6.6 系统减压。

6.6.1 打开真空泵主开关,慢慢地拧开塑料隔离阀,使真空泵与系统相连,此时,阀开启不宜过大,以防真空电磁阀疲劳。

6.6.2 不断调整真空稳定单元上的控制器,直至稳定在所需真空度上。减压过程中,注意观察试样沸腾情况,适当控制减压速度,以防暴沸。

注⑦ 使用真空泵时,初级减压可达0.0013千帕(约0.01毫米汞柱)。

6.6.3 如果要求真空度小于0.0013千帕,则需在初级减压0.065千帕(约0.5毫米汞柱)时,使用油扩散泵,其步骤如下:

6.6.3.1 将真空控制器调至电磁阀“关”，再关闭塑料隔离阀。

6.6.3.2 打开扩散泵主开关。

6.6.3.3 打开真空泵与扩散泵连通阀后，再开扩散泵上的蝶形阀，真空度迅速降低直至稳定。

6.7 加热蒸馏。

6.7.1 接通加热电源，控制升温速度小于300℃/小时。

6.7.2 当蒸馏液滴流出时，减小加热电流，利用温差自动控制，使蒸馏速度维持在100—200毫升/(小时·厘米²) (厘米²为蒸馏瓶颈口横截面积)。

6.8 馏分收集。

6.8.1 当接收瓶充满馏出物或达到下一个切割初始温度时，则切换接收瓶，同时记录下观测值：

6.8.1.1 时间 (分钟或小时)。

6.8.1.2 接收瓶编号。

6.8.1.3 接收瓶内馏出物体积 (毫升)。

6.8.1.4 蒸汽温度 (℃，精确至0.5℃)。

6.8.1.5 蒸馏瓶液体温度 (℃，精确至1℃)。

6.8.1.6 真空度 (把毫米汞柱换算成千帕)。

6.9 蒸馏结束。

6.9.1 连续取得切割馏分，当达到最终切割温度或加热液体已超过 350℃ 或操作压力维持不住三者中任一情况时，即停止全部加热，直至蒸馏速度减慢。

6.9.2 在维持减压情况下，打开蒸馏瓶绝缘保温罩及蒸馏头保温罩，使残余物冷却。

6.9.3 待残余物温度降至低于230℃时，停真空泵，逐步放空。

注⑧ 如果进行高真空操作，则首先停油扩散泵，约10分钟后，再停真空泵。

注⑨ 如试样中含易爆炸物质，则装置应在热条件下，使用惰性气体 (如氮气) 进行置换。

6.9.4 取出蒸馏瓶称重，包括确定残余物的重量。

6.9.5 停低温恒温浴及冷却水。

6.9.6 关闭总电源。

7. 计算

7.1 试样。

7.1.1 按5.1.2节的比重和粘度值，从RIPP炼油工艺计算图表查出试样的特性因数K。

7.1.2 根据API技术数据手册中的图表，查出每个切割温度在试验压力下对应的常压温度。

注⑩ 如压力在0—0.27千帕 (约0—2毫米汞柱) 之间，则可应用下式进行计算：

$$\text{常压温度, } ^\circ\text{C} = \frac{748.1A}{1 - 0.0005161 + 0.3861A} - 273$$

式中

$$A = \frac{6.7467 - \log P(\text{千帕})}{2962.909 - 43 \log P} - 0.0002867$$

$$I = \text{减压下温度, K}$$